

**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 18: Cara uji sulfur dioksida (SO₂) secara
turbidimetri menggunakan spektrofotometer**



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	2
4 Pengendalian mutu	6
Lampiran A (normatif) Tekanan uap air jenuh	7
Lampiran B (informatif) Hasil validasi metode	8
Lampiran C (normatif) Pelaporan	9
Bibliografi	10
 Tabel A.1 – Tekanan uap air jenuh.....	 7
 Gambar 1 – Rangkaian peralatan pengambil contoh uji SO ₂	 4

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik penentuan dan pengambilan contoh uji gas buang dari sumber tidak bergerak maka disusun Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas udara.

SNI *Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 18: Cara uji sulfur dioksida (SO₂) secara turbidimetri menggunakan spektrofotometer* disusun melalui modifikasi dengan metode terjemahan dari *Japan Industrial Standard JIS K 0103 Handbook 1999; Methods for determination of sulphur oxides in flue gas, Japan Standard Association* dan *Method 6 USEPA: Determination of Sulfur dioxide Emmisions from Stationary Sources*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode dan dikonsensuskan oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S2, *Kualitas Udara* yang mewakili pihak produsen, konsumen, ilmuwan dan instansi teknis dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* pada tanggal 22 Agustus 2007 di Serpong serta telah melalui jajak pendapat pada tanggal 23 Desember 2008 sampai dengan 23 Maret 2009. Kemudian SNI ini telah melalui tahap pemungutan suara pada tanggal 24 Juni 2009 sampai dengan 24 September 2009, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.



Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 18: Cara uji sulfur dioksida (SO₂) secara turbidimetri menggunakan spektrofotometer

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan sulfur dioksida (SO₂) dalam gas buang sumber tidak bergerak menggunakan metode turbidimetri dengan kadar 5 ppm sampai 300 ppm (14 mg/Nm³ sampai 860 mg/Nm³).

Lingkup pengujian meliputi:

- 1.1 Cara pengambilan contoh uji gas SO₂ dengan menggunakan larutan penjerap.
- 1.2 Cara perhitungan volume contoh uji gas yang diserap.
- 1.3 Cara penentuan kadar gas SO₂ dalam contoh uji gas buang.

2 Istilah dan definisi

2.1

blanko analitik laboratorium

larutan penjerap gas yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

2.2

blanko analitik lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh dan dalam perjalanan

2.3

emisi (gas buang)

zat, energi, dan atau komponen lain yang dihasilkan dari kegiatan yang masuk atau dimasukkan ke udara ambien

2.4

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan standar dengan hasil pembacaan serapan sesuai Hukum *Lambert-Beer* dan merupakan suatu garis lurus

2.5

larutan induk

larutan standar kadar tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar kadar lebih rendah

2.6

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk menghilangkan gas-gas yang terperangkap di dalam pipa pengambil contoh uji

2.7

larutan penjerap (absorben)

larutan yang dapat menyerap analat

2.8

larutan standar

larutan dengan kadar yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

2.9

mg/Nm³

satuan ini dibaca sebagai miligram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap kering gas buang, dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg)

2.10

SO₂

gas yang dihasilkan dari proses pembakaran dan proses oksidasi sulfur yang diemisikan dari sumber tidak bergerak

2.11

turbidimetri

metode pengukuran contoh berdasarkan kekeruhan yang diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang tertentu

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Oksida belerang dalam contoh uji gas dilewatkan pada larutan isopropil alkohol untuk memisahkan gas SO₃, sehingga hanya gas SO₂ yang dijerap oleh larutan penjerap hidrogen peroksida membentuk asam sulfat, kemudian ditambahkan barium klorida agar membentuk endapan barium sulfat yang berwarna putih dan diukur serapan pada panjang gelombang 420 nm dengan menggunakan spektrofotometer.

3.2 Bahan

3.2.1 Larutan penjerap hidrogen peroksida (H₂O₂) 3 %

- masukkan 100 mL H₂O₂ 30 % w/v ke dalam labu ukur 1000,0 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera;
- simpan dalam botol berwarna gelap di tempat dingin (*cool box*).

CATATAN Larutan penjerap ini dibuat segar sebelum digunakan.

3.2.2 Larutan Isopropil alkohol 80 %

Campurkan 80 mL isopropanol dengan 20 mL air suling.

3.2.3 Larutan natrium klorida (NaCl)

- masukkan air suling 100 mL kedalam gelas piala 1000 mL kemudian tambahkan 20 mL HCl pekat (36,5 % b/v);
- timbang 240 g NaCl dan masukkan ke dalam larutan butir a);
- tambahkan air suling hingga volume larutan 1000 mL, dan homogenkan;
- simpan dalam botol pereaksi.

3.2.4 Larutan gliserol ($\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$) (1:1)

Campurkan 100 mL gliserol dengan 100 mL air suling dalam gelas piala 250 mL, lalu homogenkan.

3.2.5 Serbuk barium klorida (BaCl_2)

Haluskan $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hingga menjadi serbuk halus.

3.2.6 Larutan induk sulfat $1,0 \text{ mg SO}_4^{2-} / \text{mL}$

- larutkan $\pm 0,1479 \text{ g Na}_2\text{SO}_4$ ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan ($\approx 1,0 \text{ mg SO}_4^{2-} / \text{mL}$);
- hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

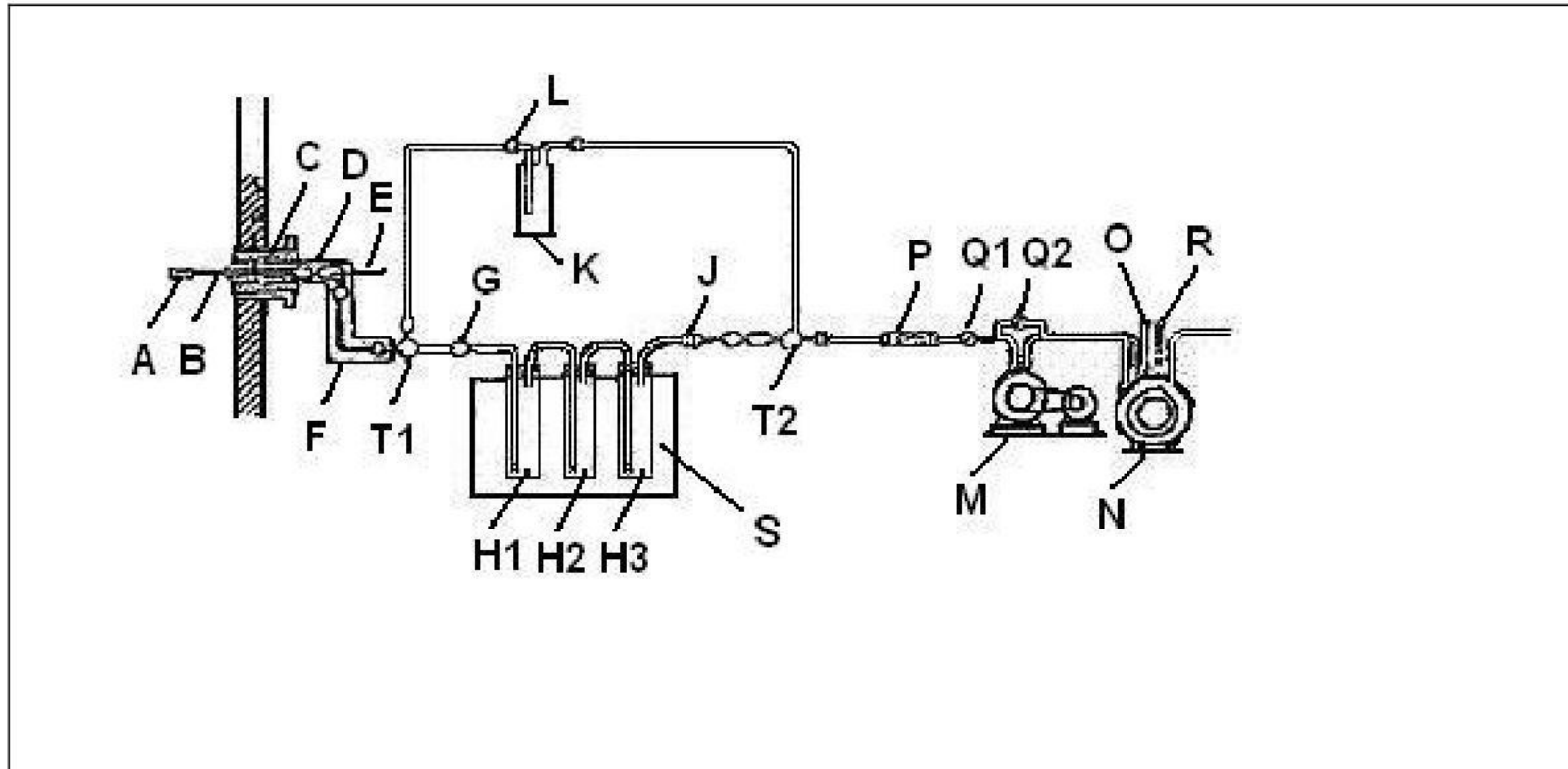
CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar sulfat siap pakai.

3.2.7 Larutan baku sulfat ($0,2 \text{ mg SO}_4^{2-} / \text{mL}$)

- pipet 50 mL larutan induk Na_2SO_4 $1,0 \text{ mg SO}_4^{2-} / \text{mL}$ dan masukkan ke dalam labu ukur 250,0 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.

3.3 Peralatan

- rangkaian peralatan pengambil contoh uji SO_2 seperti pada Gambar 1;
- labu ukur 100,0 mL dan 250,0 mL;
- pipet volum 5,0 mL; 10,0 mL, 15,0 mL, 20,0 mL, 25,0 mL dan 50,0 mL;
- gelas ukur 100 mL;
- gelas piala 100 mL dan 500 mL;
- tabung uji berskala 100,0 mL atau labu ukur 50,0 mL;
- spektrofotometer Vis;
- timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- kaca arloji;
- oven;
- desikator;
- mortar; dan
- alu

**Keterangan Gambar:**

A	adalah	filter	K	adalah	botol pencuci
B	adalah	pipa pengambil contoh uji	L	adalah	karet silikon
C	adalah	elemen pemanas	M	adalah	pompa penghisap
D	adalah	pipa karet (<i>fluororubber</i>)	N	adalah	<i>Wet gas meter</i>
E	adalah	termokopel	P	adalah	tabung pengering
F	adalah	pemanas	Q ₁	adalah	kran penutup
G	adalah	penyambung sferis	Q ₂	adalah	kran pengatur laju alir
H ₁	adalah	larutan isopropil alkohol	R	adalah	manometer gas meter
H ₂ , H ₃	adalah	larutan H ₂ O ₂	T ₁ , T ₂	adalah	kran cabang tiga
J	adalah	filter gelas/kaca	O	adalah	Termometer gas meter
S	adalah	<i>ice bath</i>			

Gambar 1 - Rangkaian peralatan pengambil contoh uji SO₂**3.4 Pengambilan contoh uji**

- susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada Gambar 1;
- masukkan 50 mL larutan isopropil alkohol ke botol penjerap no. 1 (H₁) dan masing-masing 50 mL larutan penjerap H₂O₂ ke botol 2 dan 3 (H₂ dan H₃);
- masukkan pipa pengambil contoh uji ke dalam cerobong, panaskan sampai suhu ± 160 °C. Pertahankan temperatur pipa selama pengambilan contoh uji;
- arahkan aliran gas buang ke posisi pencucian hingga aliran akan melalui botol pencuci;
- hidupkan pompa penghisap udara dan atur laju alir antara 1 L/menit sampai 2 L/menit, matikan pompa setelah 5 menit;
- arahkan aliran gas buang ke posisi pengambilan contoh uji hingga aliran akan melalui botol penjerap, catat penunjukan awal pada gas meter V₁ (L);
- hidupkan pompa dan lakukan pengambilan contoh uji sampai volume total 40 L dengan mengatur laju alir gas meter 2 L/menit;
- catat temperatur dan tekanan pada gas meter saat pengambilan contoh;
- matikan pompa, tutup aliran gas dan catat penunjukan akhir pada gas meter V₂ (L).

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- buat deret larutan kerja sulfat dengan 1 (satu) blanko dan minimal 5 (lima) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran dalam tabung uji 100 mL atau labu ukur 50,0 mL;
- tambahkan air suling sampai volume 50 mL;

CATATAN Bila menggunakan labu ukur pindahkan ke dalam wadah gelas lainnya.

- tambahkan 10 mL larutan gliserol (1+1) dan 5 mL larutan natrium klorida, lalu kocok;
- tambahkan 0,3 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan kocok selama 1 menit;
- biarkan selama 4 menit dan aduk kembali dengan baik selama 15 detik;
- masukkan ke dalam kuvet dan baca absorbansi masing-masing standar dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm;
- buat kurva kalibrasi antara absorbansi dengan jumlah ion sulfat (mg).

3.5.2 Persiapan contoh uji

- pindahkan larutan pada botol H_2 dan H_3 yang berisi contoh uji ke dalam labu ukur 250,0 mL;
- bilas botol penjerap dengan sedikit air suling dan masukkan ke dalam labu ukur di atas, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan;
- siapkan 100 mL larutan penjerap gas ke dalam labu ukur 250,0 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan. Larutan ini digunakan sebagai blanko lapangan.

3.6 Pengujian

- pipet 50 mL larutan contoh uji pada langkah 3.5.2 butir b) ke dalam tabung uji;
- pipet 50 mL larutan blanko pada langkah 3.5.2 butir c) ke dalam tabung uji;
- lakukan langkah 3.5.1 butir c) sampai e) terhadap contoh uji dan blanko;
- masukkan ke dalam kuvet dan catat absorbansi contoh uji;
- hitung kadar sulfat dalam contoh uji dengan menggunakan kurva kalibrasi.

3.7 Perhitungan

3.7.1 Volum contoh uji gas yang diambil

$$V_s = V \times \frac{298}{273 + t_m} \times \frac{(P_a + P_m - P_v)}{760} \quad (1)$$

Keterangan:

- V_s adalah volum contoh uji gas yang dikoreksi pada kondisi normal (L) (basis kering);
 V adalah volum dari pembacaan gas meter (L);
 P_a adalah tekanan udara atmosfer (mmHg);
 P_m adalah tekanan manometer dibaca pada gas meter (mmHg);
 P_v adalah tekanan uap air jenuh pada temperatur gas meter (mmHg), lihat pada tabel lampiran A;
 t_m adalah temperatur pada gas meter ($^{\circ}\text{C}$).

CATATAN Apabila digunakan *dry gas meter* tidak dilakukan koreksi terhadap tekanan uap air ($P_v = 0$)

3.7.2 Kadar SO₂ dalam gas buang sumber tidak bergerak

Perhitungan kadar sulfur dioksida (SO₂) dapat digunakan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{64}{96} \times \frac{(A - B) \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000 \quad (2)$$

Keterangan:

- C adalah kadar sulfur dioksida (mg/Nm³)
- A adalah jumlah ion sulfat yang didapat dari kurva kalibrasi (mg SO₄²⁻)
- B adalah jumlah ion sulfat yang didapat dari uji blanko (mg SO₄²⁻)
- V_s adalah volum contoh uji dalam keadaan kering pada 25 °C, 760 mm Hg (L)
- v adalah volum yang diambil untuk analisa dari 250 mL larutan contoh uji (mL)
- 64 adalah Berat Molekul (BM) SO₂
- 96 adalah Berat Molekul (BM) SO₄

4 Pengendalian mutu

- a) Lakukan tes kebocoran dengan tingkat kebocoran rangkaian pengambilan contoh uji tidak lebih dari 0,04 L/menit.
- b) Gunakan alat ukur, yang terkalibrasi atau terverifikasi.
- c) Posisi pengukuran berada pada posisi yang terhindar dari kemungkinan pengembunan, jarak antara lubang pengambilan contoh uji dengan botol penjerap sedekat mungkin.
- d) Pipa pengambilan contoh uji sebaiknya terbuat dari bahan yang tahan terhadap gas korosif yang terdapat dalam aliran gas (contohnya gas H₂S dan gas Cl₂).
- e) Sumbat ujung pipa dengan filter *glass wool* untuk menghindari bercampurnya partikulat (debu) yang terdapat dalam aliran gas dengan contoh uji gas.
- f) Gunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan.
- g) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- h) Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- i) Gunakan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.

Lampiran A
(normatif)
Tekanan uap air jenuh

Tabel A.1 - Tekanan uap air jenuh

Tekanan uap air jenuh (mmHg)							
Suhu (°C)	Pv		ρ etanol	Suhu (°C)	Pv		ρ etanol
	0	5			0	5	
0	4,6	4,8	0,809				
1	4,9	5,1	0,808	31	33,7	34,7	0,782
2	5,3	5,5	0,807	32	35,7	36,7	0,781
3	5,7	5,9	0,806	33	37,7	38,8	0,781
4	6,1	6,3	0,805	34	39,9	41,0	0,780
5	6,5	6,8	0,804	35	42,2	43,4	0,779
6	7,0	7,3	0,804	36	44,6	45,8	0,778
7	7,5	7,8	0,803	37	47,1	48,4	0,777
8	8,0	8,3	0,802	38	49,7	51,1	0,776
9	8,6	8,9	0,801	39	52,5	53,9	0,775
10	9,2	9,5	0,800	40	55,3	56,8	0,775
11	9,8	10,2	0,799	41	58,4	59,9	0,774
12	10,5	10,9	0,798	42	61,5	63,1	0,774
13	11,2	11,6	0,798	43	64,8	66,5	0,772
14	12,0	12,4	0,797	44	68,3	70,1	0,771
15	12,8	13,2	0,796	45	71,9	73,7	0,770
16	13,6	14,1	0,795	46	75,7	77,6	0,770
17	14,5	15,0	0,794	47	79,6	81,6	0,769
18	15,5	16,0	0,793	48	83,7	85,8	0,768
19	16,5	17,0	0,792	49	88,0	90,2	0,767
20	17,5	18,1	0,792	50	92,5	94,8	0,766
21	18,7	19,2	0,791	51	97,2	99,6	0,765
22	19,8	20,4	0,790	52	102,1	104,6	0,764
23	21,1	21,7	0,789	53	107,2	109,8	0,764
24	22,4	23,1	0,788	54	112,5	115,2	0,763
25	23,8	24,5	0,787	55	118,0	120,9	0,762
26	25,2	26,0	0,787	56	123,8	126,7	0,761
27	26,7	27,5	0,786	57	120,8	132,9	0,76
28	28,4	29,2	0,785	58	136,0	139,2	0,759
29	30,1	30,9	0,784	59	142,5	145,9	0,758
30	31,8	32,8	0,783	60	149,3	152,8	0,758

Sumber: *Steam Table from Perry's Chemical Engineering Handbook. 1986*

Lampiran B
(informatif)
Hasil validasi metode

1. Linieritas kurva kalibrasi memiliki koefisien korelasi $r^2 = 0,999$.
2. Repeatibilitas antara pengulangan contoh uji adalah 4,52 %.
3. % *Recovery* untuk analisa antara 95-105.



Lampiran C
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Limit deteksi.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Data pengambilan contoh uji.
- 7) Data-data pendukung lapangan.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.
- 10) Kadar SO₂ dalam contoh uji.



Bibliografi

Kep-205/BAPEDAL/07/1996 tentang *Pedoman Teknis Pengendalian Pencemaran Udara Sumber Tidak Bergerak*, BAPEDAL.

Perry. 1986. *Chemical Engineering Handbook*. Mc Graw - Hill. USA.

Japan Industrial Standard, JIS K 0103 Handbook 1999. Methods for determination of sulphur oxides in flue gas, Japan Standard Association.

Method 6 USEPA: Determination of sulphur dioxide emissions from stationary sources.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id